

Etude expérimentale et méthodes d'analyses utilisées

III.1. Introduction :

L'étude expérimentale constitue la base de l'émission des hypothèses concernant les mécanismes de recristallisation. Dans notre matériau, elle permet de confirmer certaines des théories mises en avant lors de l'étude bibliographique ou nouvellement émises à la suite de ce travail. Après une présentation générale du matériau étudié, des traitements thermique et thermomécaniques imposent à ce dernier, les principales techniques expérimentales utilisées sont présentées. Les principaux résultats concernant cette étude appliquée à notre matériau acier BS2(P245NB) (0.19% C) sont présentés aux chapitres suivants.

III.2. Matériaux étudié (tôle d'acier) :

Pour notre étude on a utilisée une tôle d'acier de type hypoeutectoïde (0.19% C) avec une épaisseur initiale « $e_0 = 2.65\text{mm}$ ». ce matériau est utilisé pour la fabrication des bouteilles de gaz de nomenclature BS2(P245NB) conforme à la norme 10120 et dont la composition chimique est montrée au tableau 4 :

Eléments	C	Si	Mn	P	S	AL	Nn	Nb	Ti
La quantité massique (%)	0.19	0.25	0.4	0.025	0.015	0.09	0.009	0.05	0.03

Tableau 4 : la composition chimique de l'acier BS2 (P245NB)

III.2.1. Traitement thermomécanique :

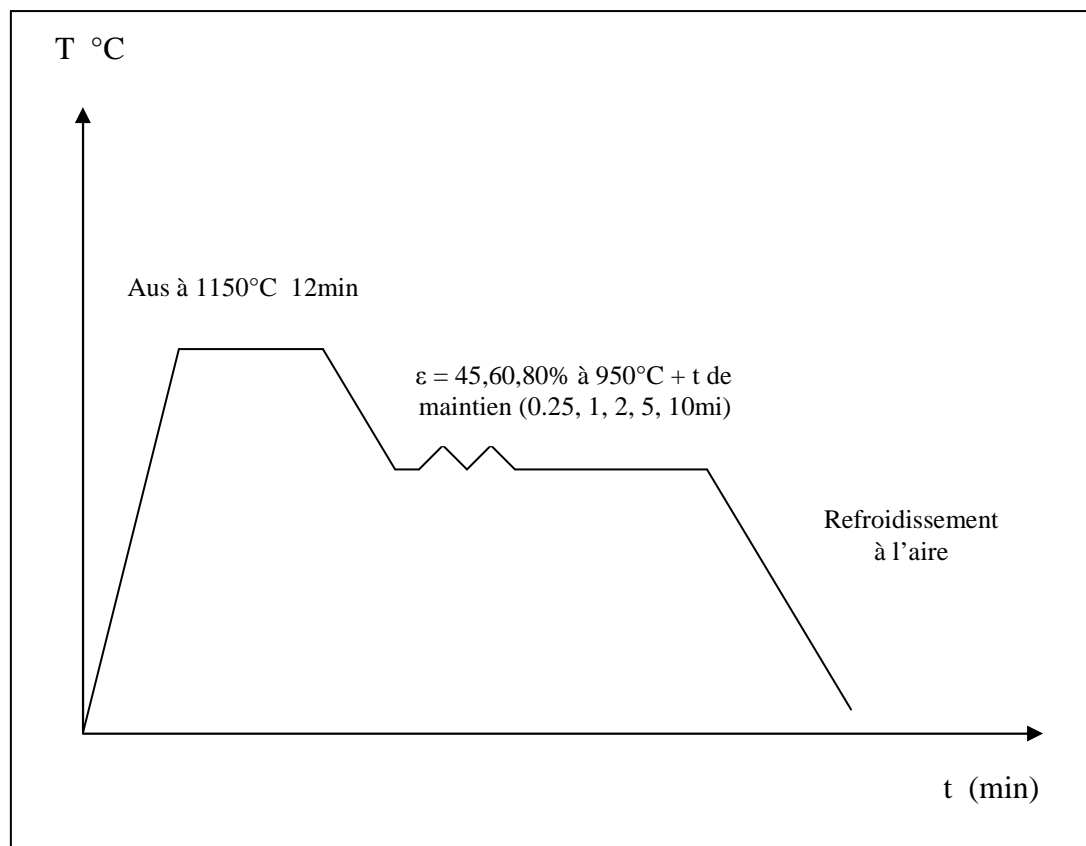
Pour mettre évidence les différentes transformations microstructurales et l'influence du taux de déformation, le temps de maintien et la température sur la taille des grains et le mécanisme de recristallisation, on a choisi des traitements thermomécaniques avec une température d'austénitisation $T = 1150^\circ\text{C}$ et des taux de déformation qui varient de 45 à 80%.

Les conditions des traitements thermomécaniques utilisés dans l'expérimentation sont indiquées dans le tableau suivant

	T d'austénitisation (°C)	T de déformation (°C)	ε (%)	Temps de maintien (min)	Mode de refroidissement
Cycle	1150	950	45 -60 -80	0.25 - 1 -2 -5 - 10	A l'aire

Tableau 5 : le traitement thermomécanique appliqué**III.2.2. Le cycle de traitement thermomécanique :**

La figure suivante montre le premier cycle de traitement thermomécanique qui a pour but de provoquer l'affinement des grains dans notre acier.

**Figure 40** : Cycle de traitement thermomécanique appliqué à l'acier 0.19% C

Pour ces traitement thermomécanique, on a utilisé un four électrique programmable de température maximale $T_{max} = 1220^{\circ}\text{C}$ (Fig 41), et un laminoir qui permet de réduire l'épaisseur de la tôle.



Figure 41 : Four électrique programmable

III.3 Préparation métallographique des échantillons :

Les échantillons sont découpés sous forme parallélépipédique de 2 cm de longueur, et 1 cm de largeur. L'étude de la microstructure nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne présentent aucune rayure susceptible de gêner l'examen micrographie.

Pour cela, les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers abrasifs (du numéro 120 au numéro 2000), puis à la pâte diamantée de granulométrie $0.5\mu\text{m}$.

Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et ensuite séchés. Les surfaces sont ensuite attaquées chimiquement par un réactif très utilisé pour les acier : c'est le nital 4% (une solution alcoolique nitrique) de composition 96% d'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) et 4% d'acide nitrique (HNO_3).

III.4 Les techniques d'analyse :

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- la microscopie optique (M.O)
- Microscope électronique à balayage (M.E.B)
- la diffraction des rayons X (DRX)
- la microdureté Vickers (HV)

III.4.1 Microscopie optique :

La première approche pour une compréhension des différents traitements thermique et thermomécanique que subit l'échantillon est sa microstructure, car on peut observer, pour une matrice déterminée, l'évolution des grains (la taille, la forme....), la répartition des précipités, mouvement du joint de grain, les lignes de glissement, et bien d'autres caractéristiques structurales.

Pour cela, on a utilisé un microscope métallographique de type Hund équipé d'un appareil photo numérique (Fig42) qui nous a permis de prendre des micrographies de la structure des échantillons étudiés pour des grossissements allant jusqu'à 800 fois.

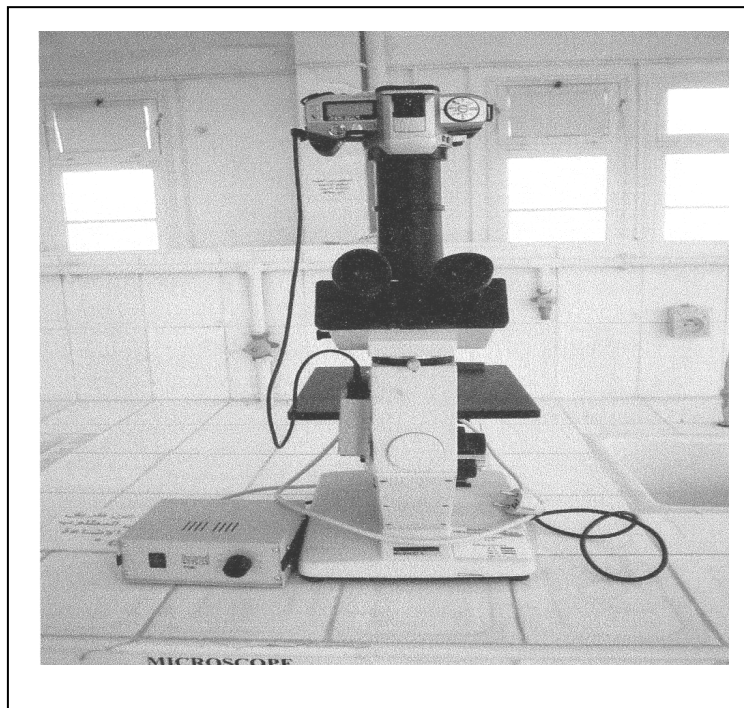


Figure 42 : Microscope métallographique.

III.4.2 Microscope électronique à balayage (M.E.B) :

Pour une bonne résolution et des grossissements plus importants qu'en microscope optique, on a eu recours au microscope électronique à balayage de marque Jeol.

III.4.3 Microdureté :

La dureté de Vickers est le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte rémanente (Fig.43) :

$$HV = F/S$$

Où F est la charge appliquée en kgf, et S la surface de l'empreinte en mm². La valeur S s'obtient à partir de la mesure de diagonale d en mm.

$$\text{Soit : } S = d^2 / 2 \cos 22^\circ$$

$$HV = 1.8544F / d^2$$

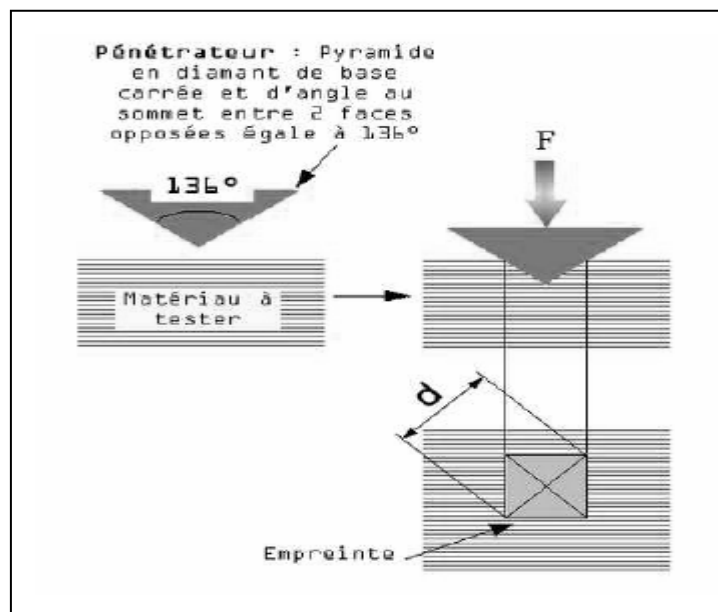


Figure 43 : la méthode Vickers de mesure de dureté

Pour suivre la dureté de notre acier on a utilisé un appareil de mesure de dureté de marque Affri à affichage numérique (Fig.44).

Nous avons opté pour des mesures de dureté Vickers avec une charge de 100g. De cinq à sept mesures sont effectuées sur chaque échantillon et une moyenne est prise avec élimination des valeurs non conformes.



Figure 44 : Microduromètre

III.4.4 Diffraction des rayons x :

La diffraction se produit quand une radiation électromagnétique interagit avec les atomes d'un réseau cristallographique et quand la longueur de l'onde diffractée équivaut à l'espace interréticulaire. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg, la diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plans $\{hkl\}$. Pour une famille donnée de plans cristallographiques $\{hkl\}$, de distance interréticulaire d , la relation de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence θ (angle de Bragg) du faisceau par rapport aux plans considérés $\{hkl\}$, sa longueur d'onde λ et d .

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

L'analyse par la technique de diffraction des rayons X a été réalisée avec un appareil Bruker Analytical X-ray Systems du Laboratoire des RX à l'université de Biskra (Fig.45)

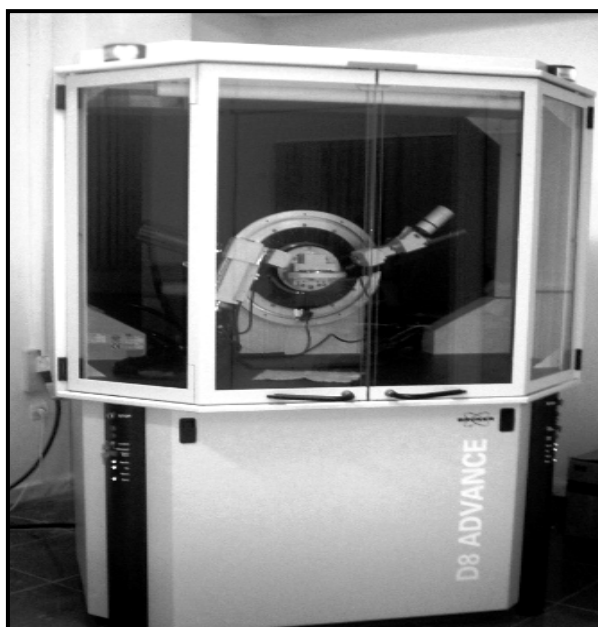


Figure 45 : diffractomètre